

Bibliographic data



In my patents list | Print

HERSTELLUNG VON WOLLASTONITKRISTALLEN

Bibliographic data

Description

Claims

Mosaics

Original document

INPADOC legal status

Publication number: DE2344773 (A1)

Publication date: 1975-03-27

Inventor(s): KUBO KAZUHIKO

Applicant(s): OSAKA PACKING

Classification:

- international: C04B35/22; C04B35/16; (IPC1-7): C01B33/24

- European: C01B33/22; C01B33/24; C04B35/22

Application number: DE19732344773 19730905

Priority number(s): DE19732344773 19730905

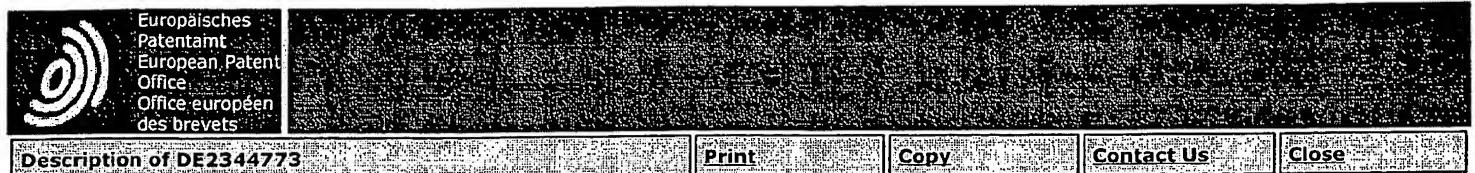
[View INPADOC patent family](#)

[View list of citing documents](#)

[Report a data error here](#)

Abstract not available for DE 2344773 (A1)

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide



Result Page

Notice: This translation is produced by an automated process; it is intended only to make the technical content of the original document sufficiently clear in the target language. This service is not a replacement for professional translation services. The esp@cenet® Terms and Conditions of use are also applicable to the use of the translation tool and the results derived therefrom.

Production of Wollastonitkristallen these invention relates to of products from Wollastonitkristallen and the production the same. In particular the invention concerns novel and useful agglomerates of wollastonite crystals; molded products, which consist of the above agglomerates; aqueous dispersion of the agglomerates for manufacturing the molded products; and a method for that manufacturing these Wollastonit products.

As in the technical field of known, wise molded products excellent properties existing from WollastOnit crystals up, which do not show deterioration with high temperatures of over 1.0000C. Therefore expected, as thermal isolation materials, becomes refractory fabrics etc. of the products. to be more useful, but it is still no convenient method for manufacturing the same proposed.

In a prior art method molded products from Wollastonit crystals prepared by forms of a mixture from natural or synthetic wollastonite crystals and a clay, and burning the obtained, molded body serves that as a bonding agent into a desired shape. After the above method it is impossible to attain molded products from light weight to z*B, as thermal isolation materials is more useful and furthermore makes a burning, which performed after the operation of forming must become, around a product with more sufficient, mechanical strength to obtained, the method complicated and the impaired dimensional form firmness of the final product.

▲ top

The inventor of the instant invention has before a method for making molded products of light weight of Wollastonit crystals proposed, which characterized Is by burning light, molded measures from Xonotlit crystals, in order to convert the Xonotlit crystals to Wollastonit crystals. After this method however the procedure of burning substantial for the production of the molded mass from Xonotlit crystals makes the method concerning the thermatischen economy adverse and presents limitations on the size of the molded product, particular on its thickness, since difficulties remain when converting Xonotlit crystals into Wollastonit crystals uniform by the interior of the molded product of a large dimension or a thickness.

An object of the invention consists of planning agglomerates from Wollastonit crystals which light are more dispersible in an aqueous medium, in order an aqueous dispersion of it to manufacture umd some one specific activity to the day, Is which puts in the layer, a molded Wollastonit product of light weight to manufacture, sufficient mechanical strength exhibit, if it becomes dried in the presence of water molded and, why no need exists to use bonding agents or to use a combustion with the production of molded products.

Another object of the invention consists of planning a manufaturing process of agglomerates from Wollastonit crystals which exhibit the above properties.

Another object of the invention consists of planning an aqueous dispersion of the agglomerates from Wollastonit crystals which exhibits excellent mechanical strength a molded Wollastonit product of light weight prepared to become to be able, only in forms and drying.

Another object of the invention consists of planning a method for making a molded product of wollastonite crystals which overcomes the above disadvantages with the prior art methods.

Another object of the invention consists of planning a method to the production of a molded product which consists throughout in its inner of Wollastonit crystals uniform and exhibits excellent mechanical strength with the property of a light weight.

Another object of the invention consists of planning a method to the production of a molded Wollastonit product with an excellent mechanical strength and an high degree of dimensional form firmness.

Another object of the invention consists of planning a method to the production of a molded product from Wollastonit Kri stables which exhibits a desired shape and exact dimensions.

Another object of the invention consists of planning a method to the production of a molded product from wollastonite crystals which it makes possible with the use of various additions, the properties of the same to improve.

These and other objects of the invention will come out from the ensuing description.

The agglomerate from Wollastonit crystals exhibits essentially spherical shells a construction, which possesses a diameter of up to 150es in the instant invention and a shell it contains and contains an inner space defined of it, whereby the shell from Wollastonit crystals is prepared, at least 50 weight percentage ss-wollastonite-crystals, which are nested three-dimensional with one another.

After the researches of the Inventor of the instant invention is found that the above agglomerates from Wollastonit crystals light and uniform in an aqueous medium dispersed to become to be able, in order to manufacture an aqueous dispersion of it and that can become the aqueous dispersion giving from it a molded product prepared, excellent mechanical strength exhibits, only by forms and drying, without using a binding material or without a following combustion. The molded product resultant from it consists itself of numerous agglomerates, which are connected with one another. Since such, which is molded product formed agglomerate, from low fillingdense, is it after the iorliegenden invention possible, molded products of light weight of Wollastonit crystals to make, those over a wide range varying fillingdense exhibits bottom which those with a fillingdense of less as 0.45 g/cm³, in particular less than 0.3 g/cm³, than thermal isolation materials are more useful. Besides the molded products can become from Wollastonit crystals with various forms and dimensions with an high degree of dimensional form firmness obtained, since the combustion is unnecessary after the manufacturing course.

Furthermore the aqueous dispersion of the agglomerates from Wollastonit crystals several additions can become added, whereby the properties of the schliesslichen molded products obtained of it can be improved after the type of the used additions.

The agglomerates from Wollastonit crystals are in the instant invention of an essentially spherical Bowl construction, which exhibits a diameter of up to 150, i. If the agglomerates exhibit diameters of over 150, the mechanical strength of the molded products obtained of it becomes reduced. Preferably the diameters of the agglomerates are in the range of 3 - 150 > 1, whereby the range of 30 - 90 P is most preferential. The diameters of in the description and the claims indicated agglomerates become certain by means of inspection by an optical microscope. The switching construction of the present agglomerates is essentially of spherical form this is from micrographs too seen, for the example from a dunkelgrundigen micrograph of the agglomerates with 120-facher magnification and scanning electrons a micrograph of the agglomerates with a 600-fachen magnification.

The bowl construction contains a shell and an inner space defined of it. The shell is composite from wollastonite crystals, which are narrow nested with one another, exhibits however a good water permeability. The interior of the shell is hollow or points a meager distribution from Wollastonit Kristallej up. This specific structure can become from a scanning electron micrograph of a broken agglomerate observed. Furthermore it is to be seen from the electron micrograph that the agglomerate exhibits a number of crystals, which manage from its surface. Those the present agglomerates of formed crystals are Wollastonit crystals, which contain at least 50 weight percentage of beta Wollastonit-crystals, related to that entire weight of the Wollastonit Kristalle. Es become prefered that the agglomerates out only beta Wollastonit-crystals exist, but another form of Wollastonit crystals, are called alpha of Wollastonit crystals can in an amount of up to 50 weight percentage enthalben to be, related to the total weight of the Wollastonit crystals.

The method to the production of the agglomerates is not in this invention critical. Fortunately the agglomerates can become from a specific, aqueous slurry of Xonotlit crystals light prepared. Such a slurry is in our patent Anm.P 1928337.5Offenbart. For the example will the agglomerates prepared by drying and subsequent burning of the slurry with a temperature of 780 - 1.2000C, preferably 1,000 to 1.1000C to convert around those, the agglomerates of formed Xonotlit crystals into Wollastonit crystals. The aqueous slurry of Xonotlit crystals is characterised in that needlelike Xonotlit crystals in the form of numerous agglomerates in the water dispersed is. The agglomerates exhibit essentially spherical shells a construction, which contains a shell and an inner space defined thereby.

▲ top

The shell is prepared from Xonotlit crystals, which are nested three-dimensional with one another. The aqueous slurry from Xonotlit crystals can become the example by heating bottom agitation of an aqueous output slurry from kieselhaltigem material and lime a bottom vapor pressure prepared. The amount of the lime relative to the kieselhaltigem material preferably is in the molar ratio of CaO: SiO₂ of between 0,8: 1 and 1,3: 1. The amount by water used in the output slurry is to be manufactured in such a proportion around the aqueous slurry from Xonotlit Kristallen', the one weight ratio from solids to water of between 1: 10 and 1: 25 exhibits. The putting on vapor pressure is in the range from 8 to 50 k@/cm² and the reaction temperature is preferably the saturation temperature bottom such a vapor pressure.

The agglomerates existing from Xonotlit crystals can become prepared by drying the thus obtained slurry of Xonotlit crystals. If the dried agglomerates become fired with a temperature of 780 - 1' 2000C, preferably 1,000 - 1.1000C, will those, the agglomerates of formed Xonotlit crystals in wollastonite of crystals reacted, in order to manufacture agglomerates of Wollastonit crystals. It is found that during of the Combustion a substantial change in the structure of the agglomerates does not take place. The form of the Wollastonit crystals changed itself in conformity with the firing temperature and the fuel time. With a firing temperature of approximately 780 - 1.1000C beta wollastonite of crystals selective formed and in the case of 1.2000C or high alpha Wollastonit-crystal temperatures between 1.1000C and 1.2000C result in a mixture from beta Wollastonit-crystals and alpha Wollastonit-crystals in a ratio, which with the fuel time varied. Therefore the firing temperature and the fuel time become suitable certain in this invention.

The agglomerates of Wollastonit crystals can become light in an aqueous medium dispersed, in order to manufacture an aqueous dispersion, into which numerous agglomerates dispersed are. The aqueous medium which can be used is ordinary water, but it can become a mixture from water with water-soluble organic solvents as for example methanol used. The agglomerates actual do not show activity, but if they are in an aqueous medium dispersed, the agglomerates in their interiors with the aqueous medium become filled: the water-permeable shell of the agglomerate penetrates and a specific activity to the day puts, i.e. a molded product from Wollastonit crystals with excellent mechanical strength can become obtained only by forms and drying itself resultant aqueous the dispersion this is the fact to be attributed that, if itself the resultant aqueous dispersion will become bottom pressure molded with one another, the agglomerates physical into a molded mass connected without will collapse, because the aqueous medium fills out its interiors and that with subsequent drying the molded mass with the connected with one another agglomerates dried will, in order to manufacture a molded product, which exhibits an high degree of mechanical strength. If the pressure increases with the moulding operation, the aqueous medium gradual of the agglomerates remote, in order to result in a pressed together molded mass. Thus the fillingdense of the molded product depends on for forms applied pressure. The amount of the water which can be used is at least from a such extent, which is required, in order to fill out the spaces inside the agglomerates. Ordinary one is the amount of water 3 - 25 times, preferably about 10 - 15 times the total weight of the solid. Simple one by forms and drying can become the aqueous dispersion a molded product of Wollastonit crystals prepared, which is of low fillingdense and exhibits high mechanical strength. The aqueous dispersion does not need to be necessarily in such a manner that all Wollastonit crystals form therein agglomerates of up to 150 ji diameters, but them can contain a certain amount of agglomerates, which are larger as 150 p. My researches have shown that if the agglomerates of up to 150 p for at least 40 weight percentage, existing from parts, are all wollastonite of crystals in the dispersion responsible, the dispersion a light and mechanical solid, molded product result in, if it becomes only molded one and dried. I have also found that good results with a dispersion become particularly achieved, in which agglomerates of up to 150 p diameter 90 - 100 of weight percent of all Wollastonit

crystals therein constitute. Furthermore my researches have disclosed that, if at least 50 weight percentage is that the agglomerates formed wollastonite of crystals of beta Wollastonit-crystals it is equally possible, a mechanical solid to obtain molded product with a low bulk density simple by forms and drying.

Various reinforcing materials can become the aqueous dispersion of this invention added, in order to improve the properties of the resultant, molded product. In order to improve the mechanical strength of the resultant molded product, inorganic and/or organic fibers used can become the example.

Examples of inorganic fibers are asbestos, basalt fibers, glass fiber, etc. Examples of organic fibers are mechanical pulp.

Wood powder, polyamide fiber, polyester fiber, etc. These fibers become in an amount of approximately 2 - 25 weight percentage used, preferably about 2 - 15 weight percentage, related to the total weight of the solids in the dispersion. In order to lend to the desired, molded product furthermore improved heat resistance, aluminas, as for example Betonit, know kaolin, Pyrophyllit, refractory, plastic clay, etc.

added become. Ordinary ones become these aluminas in an amount of approximately 5 - 100 weight percentage used, preferably about 8 - 30 weight percentage, related to the total weight of the solids in the dispersion. Furthermore the dispersion of this invention also cements can become added in an amount of approximately 3 - 20 weight percentage, preferably about 5 - 15 weight percentage, related to the total weight of the solids in the dispersion, whereby surface hardness and density of the desired molded product become increased. Only or at least 2 of these reinforcing materials becomes used.

During making a molded product of the aqueous dispersion of this invention the dispersion becomes first into a desired shape molded, as for example a block, a tube, a plate, a column and such. desired shape, and dried, in order to remove essentially unbonded waters. To forms are more applicable various moulding methods, but filter forms prefered applied becomes. Filter forms the introduction contains of the present dispersion in a die, the one desired shape and a number of small holes exhibits and presses of the dispersion by a punch, in order to remove excess water, until self-supporting measures a formed is. Furthermore in the case of a dispersion, the mechanical pulp, becomes the dispersion contains a thin layer formed, which then by means of a paper machine a molded product in arcuate shape pressed and dried become, around a finished product obtained. Drying can become with atmospheric pressure and atmospheric temperature performed, but a reduced pressure can become applied, in order to accelerate a drying.

The thus obtained, molded product is characterized by a specific structure, which contains agglomerates, which connected with one another is and in the direction to forms of applied pressure pressed. The agglomerates with the present molded product become pressed due to with the moulding operation of the applied pressure more or less in at least a direction. Since the agglomerates are actual of considerable strength, they are not crushed complete, if they do not become an excessive large form pressure exposed. Generally the fillingdense of the molded product major depends on the pressure, which becomes for forms the applied, is called a low form pressure results in a lower fillingdense and an high Fosmdruck larger Fülldichte. Deshalb exists a molded product, which exhibits a low density, from agglomerates, which pressed is however not crushed. Actual one if the broken surface of a molded product with a low fillingdense enlarged and by an optical microscope or a scanning electron microscope considered will become, the agglomerates found to form the molded product since they are nested with one another. This can become also found by regarding a radiography photography, which shows a thin portion of the molded product and rectangular is for press direction to the time of forming received. Molded products with a low fillingdense of up to 0,45 g/cm³ exhibit a sufficient mechanical strength and an excellent thermal insulation property and are therefore more useful as an heat insulating material. With a molded product according to the present invention with an high fillingdense may be it difficult identify the agglomerates in an enlarged photograph or radiography photography however when bending by X ray exhibits such a molded product a special alignment, which shows that those are the molded product of formed agglomerates strong in the direction with the moulding operation of the applied pressure compressed.

The features of this invention become from in the following the indicated examples obvious made, in which itself all parts on the weight relate.

Example 1 to 1,200 parts waters 49 parts ungelöschter lime became the deletion added and the solution resultant from it of deleted lime became 51 parts sand bottom agitations added brought by silicon halogen by a screen of a MaschenweiteZ of 325, which contains 97 weight percentage SiO₂, whereby an aqueous output slurry became obtained, which contains deleted lime and siliciumhalogen sand. The slurry became into autoclaves brought and bottom agitations an heated prolonged on 191 - 1980C and a steam 2 pressure of 12 - 14 kpZcm² four hours, where became obtained by an aqueous slurry, which contained numerous agglomerates existing from Xonotlit crystals. By x ray diffraction the crystals became found as Xonotlit crystals. A dark field micrograph itself of the obtained slurry with a 120-facher Magnification and an electron micrograph with 13000-facher magnification show the fact that those contained thus obtained slurry of numerous agglomerates dispersed in the water and the agglomerates of essentially spherical shape a diameter of 40 to 150 u exhibited and was from needle similar Xonotlit crystals prepared, which were nested three-dimensional with one another.

The slurry resultant from it became then dried, around dried agglomerates from Xonotlit crystals to obtained. The glockneten agglomerates became prolonged fired in an electric furnace with 1.000 + 100C three hours, whereby Xonotlit crystals became transferred into beta Wollastonit-crystals, in order to manufacture agglomerates of beta Wollastonit-crystals. During the combustion no breaking down and shrinkage of the agglomerates became essentially observed.

By Röntgenstrahlenbeugung confirmed became that the resultant agglomerates consist themselves of beta Wollastonit-crystals.

The micrographs of the agglomerates are into the accompanying Fig.1 - 4 shown, where: Fig.1 a dark field micrograph the same with 120-facher grösserung represents; Fig.2 an electron micrograph the same with 13.000-facher grösserung represents; Fig.3 a scanning electron micrograph the same 600-facher magnification represents and Fig.4 a scanning electron micrograph a broken Agglomerate with 1.000-facher magnification represents.

From the above micrographs it follows that the thus obtained agglomerates are in an essentially spherical bowl construction, which a diameter of 10 - 150 μ exhibit. In particular Fig. 3 and 4 shows, each agglomerate exhibits essentially spherical shells a construction, which contains a shell and an interior defined of it and which resemble sleeve of a Edelkastanie much. The shell is prepared from needlelike beta wollastonite crystals, which are three-dimensional narrow nested with one another.

The agglomerates of thus obtained beta Wollastonit-crystals were distergiert together with additions in waters, indicated in the subsequent table 1, in order to manufacture aqueous dispersions, which contain numerous agglomerates dispersed therein. The amount from used water amounted to tooth subject of the total weight of the solids contained in it.

Table 1 sample No. Additions (weight percentage)

Clay asbestos glass fiber bonding agent

1 bentonite 7

17

2 kaolin 5

10

3 kaolin 5

10

4 bentonite - 5 2

10

5 bentonite - 5 2

10 + footnote: The amount of the mixed additions is in weight
Percent indicated, related to the total weight of the solids.

Those thus resulting dispersion became pressed into a die with numerous holes brought and by a punch, in order to manufacture molded measures. The molded mass became from the Matritze remote and in a air-heated furnace with 1900C dried.

A scanning electron micrograph of the broken surface of the dried product shows that the product from a number of connected with one another agglomerates was formed.

The mechanical strength and Wärmebeständigkeit of the products are in the subsequent table 2 indicated:

Table 2 sample after the production after 3-stündigem burning + No. Fillingdense Biegefestig-2 coefficient bendingstrength (g/cm³) keit (kp/cm) the linear keit 2

Contraction (%) (kp/cm 1 0,18 4,0,0,2,4,3 2 0,20 6,3,0,1,6,8 3 0,54 34,5 0,4 37,8 4 0,20 7,5,0,0,3,7 5 0,37 23,1 0,3 17,0 footnote +:
The properties after burning are those of the samples No. 1 - 3, the fired prolonged with 1Q500C three hours became and those of the samples No. 4 - 5, three hours prolonged with 1.0000C fired.

▲ top

Example 2 on the same manner as the dried agglomerates of Xonotlit crystals, obtained in example 1, three hours prolonged with 1.150 + 10 C fired became. By x ray diffraction found became for the agglomerates resultant from the fact that a predominant amount consisted a smaller amount from alpha wollastonite of beta wollastonite and. The same results as in Fig. 1 - 4 became from a Dunkelfeld micrograph, electron micrograph and scanning electron micrograph of the agglomerates observed.

The thus obtained agglomerates became dispersed in waters, to which the additions indicated in the subsequent table 3 were mixed. The dispersions resultant from it became on the same manner as dried in example 1 molded and, in order to manufacture molded products with the subsequent table 3 indicated physical properties. Table 3 sample of additions (weight percentage) +1 after the production after the Brennen + 2 No.

Bentonite asbestos fillingdense flexural strength coefficient Biegef (g/cm³) (kp/cm²) the linear stigkeit contraction (kp/cm²) (%) 6 10 7 0,32 3,6,0,1,4,5 7 17 7 0,53 14,3 0,5 21,7 footnote +1 the amount of the additions is in weight percentage indicated, related to the total weight of the solids.

+2 the properties after burning is for hours those of the three products fired with 1.100 C.

Example 3,560 parts waters 47 parts ungelöscher lime became the deletion added and the solution resultant from it of deleted lime became 53 parts of, siliconhaltigen material added dispersed in 320 parts waters. The used siliconhaltige material was a byproduct, obtained with the production of metallic silicon and contained amorphous silica as a main component with einemSiO₂-Gehalt of 92 weight percentage, whereby its average particle amounted to size 0.221. The mixture became with 1,520 parts waters diluted and the aqueous slurry resultant from it became into autoclaves brought and bottom agitations on 191 C an heated prolonged with a vapor pressure of 12 kp/cm² eight hours.

This resulted in an aqueous slurry, which numerous agglomerates with a diameter of 3 - 30 μ contained and from Xonotlit crystals existed, which were chtelt verscha three-dimensional with one another.

The slurry resultant from it became dried, around dried agglomerates obtained. The dried agglomerates became then three hours prolonged on 1.000 C heated, whereby agglomerates of beta Woilastonit crystals became obtained. The same results as in example 1 became on a dark field micrograph, Blektronen micrograph and scan electron micrograph of the Agglomorate observed.

The thus obtained agglomerates were distergiert in the water, which 4 additions indicated in the subsequent table were mixed. The dispersions resultant from it became on the same manner as dried in example 1 molded and, in order to also manufacture molded products in the subsequent table 4 indicated physical properties. Table 4 sample of additions (weight percentage) +1 after the production after burning +2 No.

Coefficient flexural strength bentonite glass fiber bonding agent fillingdense Biegelder linear (kp/cm²) (g/cm²) firmness contraction (%) (kp/cm²) 8 - 6 3 0,19 3,8,0,2,3,6 9 10 3 2 0,19 6,0 0,08 5,1 10 10 3 2 0,37 15,0 0,17 18,2 footnote: +1 the amount of the additions is in weight percentage indicated, related to the total weight of the solids.

+2 the properties after burning is those of the products, which are with 1.000 C three hours prolonged fired.

- Patent claims -

▲ top



Europäisches
Patentamt
European Patent
Office
Office européen
des brevets

Claims of DE2344773

Print

Copy

Contact Us

Close

Result Page

Notice: This translation is produced by an automated process; it is intended only to make the technical content of the original document sufficiently clear in the target language. This service is not a replacement for professional translation services. The esp@cenet® Terms and Conditions of use are also applicable to the use of the translation tool and the results derived therefrom.

Patent claims 1. Agglomerate of Wollastonit crystals, D A d'u r C h g e k e n n z e i C h n e t! that it one -! essentially spherical bowl construction exhibits, with a diameter of up to 150 μ and a shell contains and an inner space defined of it, the shell from Wollastonit crystals prepared is contained, at least 50 weight percentage of beta Wollastonit-crystals, which are nested three-dimensional with one another.

2. Agglomerate according to claim 1, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t the fact that the diameter in the range of 3 - is appropriate for 150 μ .

3. Agglomerate according to claim 2, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t the fact that the diameter in the range of 30 - is appropriate for 90 μ .

4. Agglomerate according to claim 1, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t that the Wollastonit crystals are only beta of Wollastonit crystals.

5. Aqueous dispersion for making a molded product of Wollastonit crystals, D A D u r C h g e k e n n CPU i C h n e t that the numerous agglomerates stressed in claim 1 are the-by-craved in waters.

▲ top

6. Aqueous dispersion according to claim 5, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t that the amount of water is at least as large as required, in order to fill up the interior of the agglomerate.

7. Aqueous dispersion according to claim 5, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t, which the amount of water in the range of 3 - 25mal the total weight of the solids is.

8. Aqueous dispersion according to claim 7, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t the fact that the amount of water in the range of 10 - 15 times the total weight of the solids is.

9. Aqueous dispersion according to claim 5, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t - that it furthermore at least a reinforcing material contain.

10. Aqueous dispersion according to claim 5, D A D u r C h 9 e k e n n z e i C h n e t that it furthermore at least one contain of the inorganic and organic fibers.

11. Aqueous dispersion according to claim 5, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t that it furthermore at least a clay contain.

12. Aqueous dispersion according to claim 5, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t that it furthermore at least Bonding agent contains.

13. Method to the production of a molded product from Wollastonit crystals, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t the fact that in one of the claims 5 - 12 stressed aqueous dispersion molded and dried becomes.

14. Molded product from Wollastonit crystals, D A D u r C h g e k e n n z e i C h n e t that by 13 methods stressed in claim prepared is.

Dear His Excellency it e

⑤

Int. Cl. 2:

C 01 B 33-24

⑯ BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



DT 23 44 773 A1

⑪

Offenlegungsschrift 23 44 773

⑫

Aktenzeichen: P 23 44 773.6-41

⑬

Anmeldetag: 5. 9. 73

⑭

Offenlegungstag: 27. 3. 75

⑯

Unionspriorität:

⑰ ⑱ ⑲

⑳

Bezeichnung: Herstellung von Wollastonitkristallen

㉑

Anmelder: Kabushiki Kaisha Osaka Packing Seizosho, Osaka (Japan)

㉒

Vertreter: Riebling, G., Dr.-Ing., Pat.-Anw., 8090 Lindau

㉓

Erfinder: Kubo, Kazuhiko, Gifu (Japan)

Prüfungsantrag gem. § 28b PatG ist gestellt

DI 23 44 773 A1

DR.-ING. G. RIEBLING
PATENTANWALT

2344773

An das
Deutsche Patentamt
8000 München 2

Mein Zeichen
K 287-14/ko

Bitte in der Antwort wiederholen

Ihre Nachricht vom

899 Lindau (Bodensee)
Rennerie 10 · Postfach 3160

3. Sept. 1973

Kabushiki Kaisha Osaka Packing Seizoshō
121, 1-chome, Daikoku-cho, Naniwa-ku, Osaka-shi/Japan

Herstellung von Wollastonitkristallen

Diese Erfindung betrifft Produkte aus Wollastonitkristallen und die Herstellung derselben. Insbesondere betrifft die Erfindung neuartige und nützliche Agglomerate von Wollastonit-Kristallen; geformte Produkte, die aus den obigen Agglomeraten bestehen; wässrige Dispersion der Agglomerate zum Herstellen der geformten Produkte; und ein Verfahren für das Herstellen dieser Wollastonit-Produkte.

509813/0480

- 2 -

Fernschreiber:
05 4374

Sprechzeit:
nach Vereinbarung

Bankkonten:
Bayer. Vereinsbank Lindau (B) Nr. 1582
Bayer.Hypotheke u.Wechsel -Bank Lindau (B) Nr. 278920

Postscheckkonto:
München 28525-808

Wie im Fachgebiet bekannt, weisen geformte, aus Wollastonit-Kristallen bestehende Produkte ausgezeichnete Eigenschaften auf, die bei hohen Temperaturen von über 1.000°C keine Verschlechterung zeigen. Deshalb wird von den Produkten erwartet, als thermische Isolations-Materialien, feuerfeste Stoffe etc. brauchbar zu sein, aber es ist noch kein zweckmässiges Verfahren zum Herstellen derselben vorgeschlagen worden.

In einem bekannten Verfahren werden geformte Produkte aus Wollastonit-Kristallen hergestellt durch Formen eines Gemisches aus natürlichen oder synthetischen Wollastonit-Kristallen und einem Ton, der als ein Bindemittel in eine gewünschte Form dient und das Brennen des erhaltenen, geformten Körpers. Nach dem obigen Verfahren ist es unmöglich, geformte Produkte von leichtem Gewicht zu erlangen, die z.B. als thermische Isolations-Materialien brauchbar sind und ferner macht das Brennen, welches nach dem Arbeitsgang des Formens ausgeführt werden muss, um ein Produkt mit ausreichender, mechanischer Festigkeit zu erhalten, das Verfahren kompliziert und beeinträchtigt die dimensionale Formfestigkeit des End-Produktes.

Der Erfinder der vorliegenden Erfindung hat vorher ein Verfahren zum Herstellen von geformten Produkten leichten Gewichtes aus Wollastonit-Kristallen vorgeschlagen, welches

gekennzeichnet ist durch das Brennen einer leichten, geformten Masse aus Xonotlit-Kristallen, um die Xonotlit-Kristalle zu Wollastonit-Kristallen umzuwandeln. Nach diesem Verfahren macht jedoch der für die Herstellung der geformten Masse aus Xonotlit-Kristallen wesentliche Vorgang des Brennens das Verfahren bezüglich der thermatischen Wirtschaftlichkeit nachteilig und legt Begrenzungen auf die Grösse des geformten Produktes auf, speziell auf seine Dicke, da Schwierigkeiten beim Umwandeln von Xonotlit-Kristallen in Wollastonit-Kristalle gleichmässig durch das Innere des geformten Produktes einer grossen Abmessung oder Dicke verbleiben.

Eine Aufgabe der Erfindung besteht darin, Agglomerate aus Wollastonit-Kristallen vorzusehen, welche leicht in einem wässerigen Medium dispergierbar sind, um eine wässerige Dispersion davon herzustellen und welche eine spezifische Aktivität an den Tag legen, die in der Lage ist, ein geformtes Wollastonit-Produkt von leichtem Gewicht herzustellen, das ausreichende mechanische Festigkeit aufweist, wenn es in der Anwesenheit von Wasser geformt und getrocknet wird, weshalb keine Notwendigkeit besteht, Bindemittel zu verwenden oder einen Brennvorgang bei der Herstellung geformter Produkte anzuwenden.

Eine andere Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Herstellungs-Verfahren von Agglomeraten aus Wollastonit-Kristallen

vorzusehen, die die obigen Eigenschaften aufweisen.

Eine andere Aufgabe der Erfindung besteht darin, eine wässrige Dispersion der Agglomerate aus Wollastonit-Kristallen vorzusehen, welche zu einem geformten Wollastonit-Produkt von leichtem Gewicht hergestellt werden können, das ausgezeichnete mechanische Festigkeit lediglich durch Formen und Trocknen aufweist.

Eine andere Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zum Herstellen eines geformten Produktes aus Wollastonit-Kristallen vorzusehen, welches die obigen Nachteile bei den bekannten Verfahren überwindet.

Eine andere Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung eines geformten Produktes vorzusehen, das in seinem inneren Durchweg aus Wollastonit-Kristallen gleichmässig besteht und ausgezeichnete mechanische Festigkeit mit der Eigenschaft eines leichten Gewichtes aufweist.

Eine andere Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung eines geformten Wollastonit-Produktes mit einer ausgezeichneten mechanischen Festigkeit und einem hohen Grad von dimensionaler Formfestigkeit vorzusehen.

Eine andere Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung eines geformten Produktes aus Wollastonit-Kri-

stallen vorzusehen, das eine gewünschte Form und genaue Abmessungen aufweist.

Eine andere Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung eines geformten Produktes aus Wollastonit-Kristallen vorzusehen, welches es bei der Verwendung verschiedener Zusätze möglich macht, die Eigenschaften desselben zu verbessern.

Diese und andere Aufgaben der Erfindung werden aus der folgenden Beschreibung hervorgehen.

Das Agglomerat aus Wollastonit-Kristallen weist in der vorliegenden Erfindung eine im wesentlichen sphärische Schalen-Konstruktion auf, die einen Durchmesser von bis zu 150μ besitzt und eine Schale enthält und einen davon definierten inneren Raum, wobei die Schale aus Wollastonit-Kristallen hergestellt ist, die wenigstens 50 Gewichts-Prozente β -Wollastonit-Kristalle enthalten, die dreidimensional miteinander verschachtelt sind.

Nach den Forschungen des Erfinders der vorliegenden Erfindung ist festgestellt worden, dass die obigen Agglomerate aus Wollastonit-Kristallen leicht und gleichmäßig in einem wässerigen Medium dispergiert werden können, um eine wässerige Dispersion davon herzustellen, und dass die sich daraus er-

gebende wässrige Dispersion zu einem geformten Produkt hergestellt werden kann, das ausgezeichnete mechanische Festigkeit aufweist, lediglich durch Formen und Trocknen, ohne Verwenden eines bindenden Materials oder ohne einen darauf folgenden Brennvorgang. Das sich daraus ergebende geformte Produkt besteht aus zahlreichen Agglomeraten, die miteinander verbunden sind. Da ein solches, das geformte Produkt bildende Agglomerat, von niedriger Fülldichte ist, ist es nach der vorliegenden Erfindung möglich, geformte Produkte leichten Gewichtes aus Wollastonit-Kristallen herzustellen, die über einen weiten Bereich varierende Fülldichten aufweisen unter welchen jene mit einer Fülldichte von weniger als $0,45 \text{ g/cm}^3$, insbesondere weniger als $0,3 \text{ g/cm}^3$, als thermische Isolations-Materialien brauchbar sind. Überdies können die geformten Produkte aus Wollastonit-Kristallen mit verschiedenen Formen und Abmessungen mit einem hohen Grad von dimensionaler Formfestigkeit erhalten werden, da der Brennvorgang nach dem Formarbeitsgang unnötig ist. Ferner können der wässrigen Dispersion der Agglomerate aus Wollastonit-Kristallen mehrere Zusätze zugesetzt werden, wodurch die Eigenschaften der davon erhaltenen schliesslichen geformten Produkte nach der Art der verwendeten Zusätze verbessert werden können.

Die Agglomerate aus Wollastonit-Kristallen sind in der vorliegenden Erfindung von einer im wesentlichen sphärischen

Schalen-Konstruktion, die einen Durchmesser von bis zu 150 μ aufweist. Wenn die Agglomerate Durchmesser von über 150 μ aufweisen, wird die mechanische Festigkeit der davon erhaltenen geformten Produkte verringert. Vorzugsweise sind die Durchmesser der Agglomerate in dem Bereich von 3 - 150 μ , wobei der Bereich von 30 - 90 μ am bevorzugtesten ist. Die Durchmesser von in der Beschreibung und den Ansprüchen angegebenen Agglomeraten werden mittels Besichtigung durch ein optisches Mikroskop bestimmt. Die Schalen-Konstruktion der vorliegenden Agglomerate ist im wesentlichen von sphärischer Form. Dies ist aus Mikrobildern zu ersehen, zum Beispiel aus einem dunkelgrundigen Mikrobild der Agglomerate bei 120-facher Vergrösserung und einem Abtast-Elektronen-Mikrobild der Agglomerate bei einer 600-fachen Vergrösserung. Die Schalen-Konstruktion enthält eine Schale und einen davon definierten inneren Raum. Die Schale ist aus Wollastonit-Kristallen zusammengesetzt, die eng miteinander verschachtelt sind, weist aber eine gute Wasserdurchlässigkeit auf. Das Innere der Schale ist hohl oder weist eine spärliche Verteilung von Wollastonit-Kristallen auf. Diese spezifische Struktur kann aus einem Abtast-Elektronen-Mikrobild eines gebrochenen Agglomerates beobachtet werden. Ferner ist aus dem Elektronen-Mikrobild zu ersehen, dass das Agglomerat eine Anzahl von Kristallen aufweist, die von seiner Oberfläche vorstehen. Die die vorliegenden Agglomerate bildenden Kristalle

sind Wollastonit-Kristalle, die wenigstens 50 Gewichts-Prozent beta-Wollastonit-Kristalle enthalten, bezogen auf das Gesamt-Gewicht der Wollastonit-Kristalle. Es wird bevorzugt, dass die Agglomerate aus nur beta-Wollastonit-Kristallen bestehen, aber eine andere Form von Wollastonit-Kristallen, d.h., alpha-Wollastonit-Kristalle können in einer Menge von bis zu 50 Gewichts-Prozent enthalten sein, bezogen auf das Gesamt-Gewicht der Wollastonit-Kristalle.

Das Verfahren zur Herstellung der Agglomerate ist in dieser Erfindung nicht kritisch. Glücklicherweise können die Agglomerate aus einer spezifischen, wässrigen Aufschlämmung von Xonotlit-Kristallen leicht hergestellt werden. Eine solche Aufschlämmung ist in unserem Patent-Anm.P 1928337.5 offenbart. Zum Beispiel werden die Agglomerate hergestellt durch Trocknen und anschliessendes Brennen der Aufschlämmung bei einer Temperatur von 780 - 1.200°C, vorzugsweise 1.000 bis 1.100°C, um die, die Agglomerate bildenden Xonotlit-Kristalle in Wollastonit-Kristalle umzusetzen. Die wässrige Aufschlämmung von Xonotlit-Kristallen ist dadurch gekennzeichnet, dass nadelähnliche Xonotlit-Kristalle in der Form von zahlreichen Agglomeraten im Wasser dispergiert sind. Die Agglomerate weisen eine im wesentlichen sphärische Schalen-Konstruktion auf, die eine Schale und einen dadurch definierten inneren Raum enthält.

Die Schale ist aus Xonotlit-Kristallen hergestellt, die dreidimensional miteinander verschachtelt sind. Die wässrige Aufschlämmung aus Xonotlit-Kristallen kann zum Beispiel durch Erhitzen unter Röhren einer wässrigen Ausgangs-Aufschlämmung aus kieselhaltigem Material und Kalk unter einem Dampfdruck zubereitet werden. Die Menge des Kalkes relativ zu dem kieselhaltigen Material ist vorzugsweise in dem Molverhältnis von $\text{CaO} : \text{SiO}_2$ von zwischen 0,8 : 1 und 1,3 : 1. Die Menge von in der Ausgangs-Aufschlämmung verwendetem Wasser ist in einer solchen Proportion um die wässrige Aufschlämmung aus Xonotlit-Kristallen herzustellen, die ein Gewicht-Verhältnis von Feststoffen zu Wasser von zwischen 1 : 10 und 1 : 25 aufweist. Der angelegte Dampfdruck ist vorzugsweise in dem Bereich von 8 bis 50 kp/cm^2 und die Reaktions-Temperatur ist die Sättigungs-Temperatur unter einem solchen Dampfdruck.

Die aus Xonotlit-Kristallen bestehenden Agglomerate können hergestellt werden durch Trocknen der somit erhaltenen Aufschlämmung von Xonotlit-Kristallen. Wenn die getrockneten Agglomerate bei einer Temperatur von $780 - 1.200^\circ\text{C}$, vorzugsweise $1.000 - 1.100^\circ\text{C}$ gebrannt werden, werden die, die Agglomerate bildenden Xonotlit-Kristalle in Wollastonit-Kristalle umgesetzt, um Agglomerate von Wollastonit-Kristallen herzustellen. Es ist festgestellt worden, dass während des

Brennvorganges eine wesentliche Veränderung in der Struktur der Agglomerate nicht stattfindet. Die Form der Wollastonit-Kristalle verändert sich in Übereinstimmung mit der Brenntemperatur und der Brennzeit. Bei einer Brenntemperatur von etwa 780 - 1.100°C werden beta-Wollastonit-Kristalle selektiv gebildet und bei 1.200°C oder höher alpha-Wollastonit-Kristalle. Temperaturen zwischen 1.100°C und 1.200°C ergeben ein Gemisch aus beta-Wollastonit-Kristallen und alpha-Wollastonit-Kristallen in einem Verhältnis, welches mit der Brennzeit variiert. Deshalb werden in dieser Erfindung die Brenntemperatur und die Brennzeit geeignet bestimmt.

Die Agglomerate von Wollastonit-Kristallen können leicht in einem wässrigen Medium dispergiert werden, um eine wässrige Dispersion herzustellen, in welcher zahlreiche Agglomerate dispergiert sind. Das zu verwendende wässrige Medium ist gewöhnlich Wasser, aber es kann ein Gemisch aus Wasser mit wasserlöslichen organischen Lösungsmitteln wie beispielsweise Methanol verwendet werden. Die Agglomerate an sich zeigen keine Aktivität, aber wenn sie in einem wässrigen Medium dispergiert sind, werden die Agglomerate in ihren Innenräumen mit dem wässrigen Medium aufgefüllt, das die wasserdurchlässige Schale des Agglomerates durchdringt und eine spezifische Aktivität an den Tag legt,

d.h. ein geformtes Produkt aus Wollastonit-Kristallen mit ausgezeichneter mechanischer Festigkeit kann erhalten werden lediglich durch Formen und Trocknen der sich ergebenden wässerigen Dispersion. Dies ist der Tatsache zuzuschreiben, dass, wenn die sich ergebende wässerige Dispersion unter Druck geformt wird, die Agglomerate physisch miteinander in eine geformte Masse verbunden werden ohne zusammenzufallen, weil das wässerige Medium ihre Innenräume ausfüllt und dass beim anschliessenden Trocknen die geformte Masse mit den miteinander verbundenen Agglomeraten getrocknet wird, um ein geformtes Produkt herzustellen, welches einen hohen Grad von mechanischer Festigkeit aufweist. Wenn der Druck bei dem Formvorgang zunimmt, wird das wässerige Medium allmählich von den Agglomeraten entfernt, um eine zusammengepresste geformte Masse zu ergeben. Somit hängt die Fülldichte des geformten Produktes von dem für das Formen angelegten Druck ab. Die Menge des zu verwendenden Wassers ist wenigstens von einem derartigen Ausmass, das erforderlich ist, um die Räume im Inneren der Agglomerate auszufüllen. Gewöhnlich ist die Menge des Wassers 3 - 25 mal, vorzugsweise etwa 10 - 15 mal dem Gesamtgewicht des Feststoffes. Einfach durch Formen und Trocknen kann die wässerige Dispersion zu einem geformten Produkt von Wollastonit-Kristallen hergestellt werden, das von niedriger Fülldichte ist und hohe mechanische Festigkeit aufweist. Die wässerige Dispersion braucht nicht notwendigerweise

derart zu sein, dass alle Wollastonit-Kristalle darin Agglomerate von bis zu 150 μ Durchmesser bilden, aber sie kann eine gewisse Menge von Agglomeraten enthalten, die grösser als 150 μ sind. Meine Forschungen haben gezeigt, dass wenn die aus Einzelteilen bestehenden Agglomerate von bis zu 150 μ für wenigstens 40 Gewichts-Prozent aller Wollastonit-Kristalle in der Dispersion verantwortlich sind, die Dispersion ein leichtes und mechanisch festes, geformtes Produkt ergibt, wenn es lediglich geformt und getrocknet wird. Ich habe auch festgestellt, dass besonders gute Ergebnisse mit einer Dispersion erzielt werden, in welcher Agglomerate von bis zu 150 μ Durchmesser 90 - 100 Gewichts-Prozent aller Wollastonit-Kristalle darin ausmachen. Ferner haben meine Forschungen offenbart, dass, wenn wenigstens 50 Gewichts-Prozent der die Agglomerate bildenden Wollastonit-Kristalle beta-Wollastonit-Kristalle sind, es gleichermassen möglich ist, ein mechanisch festes, geformtes Produkt mit einer niedrigen Schüttdichte einfach durch Formen und Trocknen zu erzielen.

Verschiedene verstärkende Materialien können der wässerigen Dispersion dieser Erfindung zugesetzt werden, um die Eigenschaften des sich ergebenden, geformten Produktes zu verbessern. Um die mechanische Festigkeit des sich ergebenden geformten Produktes zu verbessern, können zum Beispiel an-organische und/oder organische Fasern verwendet werden.

Beispiele von anorganischen Fasern sind Asbest, Basalt-Wolle, Glasfaser, etc. Beispiele von organischen Fasern sind Holzstoff, Holzpulver, Polyamid-Faser, Polyester-Faser, etc. Diese Fasern werden in einer Menge von etwa 2 - 25 Gewichts-Prozent verwendet, vorzugsweise etwa 2 - 15 Gewichts-Prozent, bezogen auf das Gesamt-Gewicht der Feststoffe in der Dispersion. Um dem gewünschten, geformten Produkt ferner verbesserte Wärmebeständigkeit zu verleihen, können Tonerden, wie beispielsweise Betonit, Kaolin, Pyrophyllit, feuerfester, plastischer Ton, etc. zugesetzt werden. Gewöhnlich werden diese Tonerden in einer Menge von etwa 5 - 100 Gewichts-Prozent verwendet, vorzugsweise etwa 8 - 30 Gewichts-Prozent, bezogen auf das Gesamt-Gewicht der Feststoffe in der Dispersion. Ferner können der Dispersion dieser Erfindung auch Zemente zugesetzt werden in einer Menge von etwa 3 - 20 Gewichts-Prozent, vorzugsweise etwa 5 - 15 Gewichts-Prozent, bezogen auf das Gesamt-Gewicht der Feststoffe in der Dispersion, wodurch Oberflächenhärte und Dichte des gewünschten geformten Produktes erhöht werden. Nur ein oder wenigstens 2 dieser verstärkenden Materialien werden verwendet.

Bei dem Herstellen eines geformten Produktes aus der wässrigen Dispersion dieser Erfindung wird die Dispersion zuerst in eine gewünschte Gestalt geformt, wie beispielsweise ein Block, ein Rohr, eine Platte, eine Säule und dgl. gewünschte Form, und getrocknet, um im wesentlichen ungebundenes Wasser zu entfernen. Zum Formen sind verschiedene Formverfahren anwendbar,

509813 / 0480

aber das Filterformen wird bevorzugt angewendet. Das Filterformen enthält das Einbringen der vorliegenden Dispersion in eine Matrize, die eine gewünschte Form und eine Anzahl von kleinen Löchern aufweist und das Pressen der Dispersion durch einen Stempel, um überschüssiges Wasser zu entfernen, bis eine selbsttragende Masse gebildet ist. Ferner in dem Fall einer Dispersion, die Holzstoff enthält, wird die Dispersion zu einer dünnen Lage ausgebildet, welche dann mittels einer Papiermaschine zu einem geformten Produkt in Bogenform gepresst und getrocknet wird, um ein Fertig-Erzeugnis zu erhalten. Das Trocknen kann bei atmosphärischem Druck und atmosphärischer Temperatur ausgeführt werden, aber ein verminderter Druck kann angewendet werden, um das Trocknen zu beschleunigen.

Das somit erhaltene, geformte Produkt ist gekennzeichnet durch eine spezifische Struktur, die Agglomerate enthält, welche miteinander verbunden und in der Richtung des zum Formen angewandten Druckes gepresst sind. Die Agglomerate bei dem vorliegenden geformten Produkt werden nämlich infolge des bei dem Formvorgang angelegten Druckes mehr oder weniger in wenigstens einer Richtung gepresst. Da die Agglomerate an sich von beträchtlicher Festigkeit sind, werden sie nicht vollständig zerdrückt, sofern sie nicht einem übermäßig

grossen Formdruck ausgesetzt werden. Im allgemeinen hängt die Fülldichte des geformten Produktes hauptsächlich von dem Druck ab, der für das Formen angewendet wird, d.h., ein niedriger Formdruck ergibt eine niedrigere Fülldichte und ein hoher Formdruck eine grössere Fülldichte. Deshalb besteht ein geformtes Produkt, das eine niedrige Dichte aufweist, aus Agglomeraten, welche gepresst aber nicht zerdrückt sind. Tatsächlich wenn die gebrochene Oberfläche eines geformten Produktes mit einer niedrigen Fülldichte vergrössert und durch ein optisches Mikroskop oder abtastendes Elektronen-Mikroskop betrachtet wird, werden die Agglomerate festgestellt, das geformte Produkt zu bilden, da sie miteinander verschachtelt sind. Dies kann auch festgestellt werden durch Betrachten einer Durchstrahlungs-Fotographie, die einen dünnen Abschnitt des geformten Produktes zeigt und im rechten Winkel zur Pressrichtung zum Zeitpunkt des Formens aufgenommen ist. Geformte Produkte mit einer niedrigen Fülldichte von bis zu $0,45 \text{ g/cm}^3$ weisen eine ausreichende mechanische Festigkeit und ausgezeichnete Wärmeisolations-Eigenschaft auf und sind deshalb als ein wärmeisolierendes Material verwendbar. Bei einem geformten Produkt gemäss der vorliegenden Erfindung mit einer hohen Fülldichte mag es schwierig sein, die Agglomerate in einer vergrösserten Fotographie oder Durchstrahlungs-Fotographie zu identifizieren, jedoch beim Beugen durch Röntgenstrahlen weist ein solches geformtes Produkt eine

besondere Ausrichtung auf, die zeigt, dass die das geformte Produkt bildenden Agglomerate stark in der Richtung des beim Formvorgang angelegten Druckes zusammengepresst sind.

Die Merkmale dieser Erfindung werden aus den im folgenden angegebenen Beispielen offensichtlich gemacht, in welchen sich alle Teile auf das Gewicht beziehen.

Beispiel 1

Zu 1.200 Teilen Wasser wurden 49 Teile ungelöschter Kalk zum Löschen zugesetzt und der sich daraus ergebenden Lösung von gelöschtem Kalk wurden 51 Teile von silicium-haltigem durch ein Sieb einer Maschenweite von 325 gebrachter Sand unter Rühren zugesetzt, der 97 Gewichts-Prozent SiO_2 enthält, wodurch eine wässrige Ausgangs-Aufschlämmung erhalten wurde, die gelöschten Kalk und siliciumhaltigen Sand enthält. Die Aufschlämmung wurde in einen Autoklaven gebracht und unter Rühren auf $191 - 198^\circ\text{C}$ und einem Dampfdruck von $12 - 14 \text{ kp/cm}^2$ vier Stunden lang erhitzt, wo durch eine wässrige Aufschlämmung erhalten wurde, die zahlreiche aus Xonotlit-Kristallen bestehende Agglomerate enthielt. Durch Röntgenstrahlen-Beugung wurden die Kristalle als Xonotlit-Kristalle festgestellt. Ein Dunkelfeld-Mikrobild der sich erhaltenen Aufschlämmung bei einer 120-fachen

Vergrösserung und ein Elektronen-Mikrobild bei 13000-facher Vergrösserung zeigen, dass die somit erhaltene Aufschlammung zahlreiche in dem Wasser dispergierte Agglomerate enthielt und die Agglomerate von im wesentlichen sphärischer Form einen Durchmesser von 40 bis 150 μ aufwiesen und aus nadelähnlichen Xonotlit-Kristallen hergestellt waren, die dreidimensional miteinander verschachtelt waren.

Die sich daraus ergebende Aufschlammung wurde dann getrocknet, um getrocknete Agglomerate von Xonotlit-Kristallen zu erhalten. Die getrockneten Agglomerate wurden in einem elektrischen Ofen bei $1.000 \pm 10^{\circ}\text{C}$ drei Stunden lang gebrannt, wodurch Xonotlit-Kristalle in beta-Wollastonit-Kristalle überführt wurden, um Agglomerate von beta-Wollastonit-Kristallen herzustellen. Während des Brennvorganges wurden im wesentlichen kein Zusammenbrechen und Schrumpfen der Agglomerate beobachtet. Durch Röntgenstrahlen-Beugung wurde bestätigt, dass die sich ergebenden Agglomerate aus beta-Wollastonit-Kristallen bestehen.

Die Mikrobilder der Agglomerate sind in den beigefügten Fig.1 - 4 dargestellt, worin:

Fig.1 ein Dunkelfeld-Mikrobild derselben bei 120-facher Vergrösserung darstellt;

Fig.2 ein Elektronenmikrobild derselben bei 13.000-facher Vergrösserung darstellt;

509813/0480

Fig.3 ein Abtast-Elektronen-Mikrobild derselben bei
600-facher Vergrösserung darstellt und

Fig.4 ein Abtast-Elektronen-Mikrobild von einem gebrochenen
Agglomerat bei 1.000-facher Vergrösserung darstellt.

Aus den obigen Mikrobildern geht hervor, dass die somit erhaltenen Agglomerate in einer im wesentlichen sphärischen Schalen-Konstruktion sind, die einen Durchmesser von 10 - 150 μ aufweisen. Insbesondere Fig. 3 und 4 zeigen, jedes Agglomerat weist eine im wesentlichen sphärische Schalen-Konstruktion auf, die eine Schale und einen davon definierten Innenraum enthält und der Hülse einer Edelkastanie sehr ähnelt. Die Schale ist aus nadelähnlichen beta-Wollastonit-Kristallen hergestellt, die dreidimensional eng miteinander verschachtelt sind.

Die Agglomerate von somit erhaltenen beta-Wollastonit-Kristallen wurden zusammen mit in der folgenden Tabelle 1 angegebenen Zusätzen in Wasser distergiert, um wässrige Dispersionen herzustellen, die zahlreiche darin dispergierte Agglomerate enthalten. Die Menge von verwendetem Wasser betrug das Zehnfache des Gesamt-Gewichtes der darin enthaltenen Feststoffe.

Tabelle 1

Probe Nr.	Zusätze (Gewichts-Prozent)			
	Ton	Asbest	Glasfaser	Bindemittel
1	Bentonit 17	7	-	-
2	Kaolin 10	5	-	-
3	Kaolin 10	5	-	-
4	Bentonit 10	-	5	2
5	Bentonit 10	-	5	2

⁺
Fussnote: Der Betrag der beigemengten Zusätze ist in Gewichts-Prozent angegeben, bezogen auf das Gesamt-Gewicht der Feststoffe.

Die somit erhaltene Dispersion wurde in eine Matrize mit zahlreichen Löchern gebracht und durch einen Stempel gepresst, um eine geformte Masse herzustellen. Die geformte Masse wurde aus der Matritze entfernt und in einem luftgeheizten Ofen bei 190°C getrocknet.

Ein Abtast-Elektronen-Mikrobild der gebrochenen Fläche des

getrockneten Produktes zeigt, dass das Produkt aus einer Anzahl von miteinander verbundenen Agglomeraten gebildet war.

Die mechanische Festigkeit und Wärmebeständigkeit der Produkte sind in der folgenden Tabelle 2 angegeben:

Tabelle 2

Probe Nr.	<u>Nach der Herstellung</u>		<u>Nach 3-stündigem Brennen</u> +	
	Fülldichte (g/cm ³)	Biegefestig- keit (kp/cm ²)	Koeffizient der linearen Kontraktion(%)	Biegefestig- keit (kp/cm ²)
1	0.18	4.0	0.2	4.3
2	0.20	6.3	0.1	6.8
3	0.54	34.5	0.4	37.8
4	0.20	7.5	0.0	3.7
5	0.37	23.1	0.3	17.0

Fussnote + : Die Eigenschaften nach dem Brennen sind jene der Proben Nr. 1 - 3, die bei 1950°C drei Stunden lang gebrannt wurden und jene der Proben Nr. 4 - 5, drei Stunden lang bei 1.000°C gebrannt.

Beispiel 2

Die auf dieselbe Weise wie in Beispiel 1 erhaltenen getrockneten Agglomerate von Xonotlit-Kristallen wurden drei Stunden

lang bei $1.150 \pm 10^{\circ}\text{C}$ gebrannt. Durch Röntgenstrahlen-Beugung wurde für die sich daraus ergebenden Agglomerate festgestellt, dass eine überwiegende Menge aus beta-Wollastonit bestand und eine kleinere Menge aus alpha-Wollastonit. Dieselben Ergebnisse wie in Fig. 1 - 4 wurden aus einem Dunkelfeld-Mikrobild, Elektronen-Mikrobild und Abtast-Elektronen-Mikrobild der Agglomerate beobachtet.

Die somit erhaltenen Agglomerate wurden in Wasser dispergiert, zu welchem die in der folgenden Tabelle 3 angegebenen Zusätze beigemengt wurden. Die sich daraus ergebenden Dispersionen wurden auf dieselbe Weise wie in Beispiel 1 geformt und getrocknet, um geformte Produkte mit ⁱⁿ der folgenden Tabelle 3 angegebenen physikalischen Eigenschaften herzustellen.

2344773

Tabelle 3

Probe Nr.	Zusätze (Gewichts-Prozent)	+1		+ 2	
		Nach der Herstellung	Nach dem Brennen	Koeffizient Biegefe- der linearen Stigkeit Kontraktion (kp/cm ²) (%)	Nach dem Brennen
Bentonit	Asbest	Fülldichte (g/cm ³)	Biegefestigkeit (kp/cm ²)		
6	10	7	0.32	3.6	0.1
7	17	7	0.53	14.3	0.5
					4.5
					21.7

Fuss-Note +1 Die Menge der Zusätze ist in Gewichts-Prozent angegeben, bezogen auf das Gesamt-Gewicht der Feststoffe.

- +2 Die Eigenschaften nach dem Brennen sind jene der drei stundenlang bei 1.100°C gebrannten Produkte.

Beispiel 3

560 Teilen Wasser wurden 47 Teile ungelöschter Kalk zum Löschen zugesetzt und der sich daraus ergebenden Lösung von gelöschtem Kalk wurden 53 Teile von in 320 Teilen Wasser dispergiertem, siliciumhaltigen Material zugesetzt. Das verwendete siliciumhaltige Material war ein Nebenprodukt, erhalten bei der Herstellung von metallischem Silicium und enthielt amorphe Kieselsäure als ein Hauptbestandteil mit einem SiO_2 -Gehalt von 92 Gewichts-Prozent, wobei dessen durchschnittliche Partikel-Grösse $0,2 \mu$ betrug. Das Gemisch wurde mit 1.520 Teilen Wasser verdünnt und die sich daraus ergebende wässerige Aufschlammung wurde in einen Autoklaven gebracht und unter Rühren bei einem Dampfdruck von 12 kp/cm^2 acht Stunden lang auf 191°C erhitzt. Dies ergab eine wässerige Aufschlammung, die zahlreiche Agglomerate mit einem Durchmesser von $3 - 30 \mu$ enthielt und aus Xonotlit-Kristallen bestand, die dreidimensional miteinander verschachtelt waren.

Die sich daraus ergebende Aufschlammung wurde getrocknet, um getrocknete Agglomerate zu erhalten. Die getrockneten Agglomerate wurden dann drei Stunden lang auf 1.000°C erhitzt, wodurch Agglomerate von beta-Woëlastonit-Kristallen erhalten wurden. Dieselben Ergebnisse wie in Beispiel 1 wurden auf einem Dunkelfeld-Mikrobild, Elektronen-Mikrobild und Abtast-Elektronen-Mikrobild der Agglomorate beobachtet.

Die somit erhaltenen Agglomerate wurden im Wasser distergiert, welchem in der folgenden Tabelle 4 angegebene Zusätze begemengt wurden. Die sich daraus ergebenden Dispersionen wurden auf dieselbe Weise wie in Beispiel 1 geformt und getrocknet, um geformte Produkte mit in der folgenden Tabelle 4 angegebenen physikalischen Eigenschaften herzustellen.

Tabelle 4

Probe Nr.	Zusätze (Gewichts-Prozent) ⁺¹	Nach der Herstellung			Nach dem Brennen ⁺²	
		Bentonit	Glasfaser	Bindemittel	Koeffizient der linearen Kontraktion (%)	
8	-	6	3	0.19	3.8	0.2
9	10	3	2	0.19	6.0	0.08
10	10	3	2	0.37	15.0	0.17

- 25 -

Fuss-Note: +1 Die Menge der Zusätze ist in Gewichts-Prozent angegeben, bezogen auf das Gesamt-Gewicht der Feststoffe.

+2 Die Eigenschaften nach dem Brennen sind jene der Produkte, die bei 1.000°C drei Stunden lang gebrannt sind.

2344773

- Patent-Ansprüche -

P a t e n t - A n s p r ü c h e

1. Agglomerat von Wollastonit-Kristallen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass es eine im wesentlichen sphärische Schalen-Konstruktion aufweist, mit einem Durchmesser von bis zu 150μ und eine Schale enthält und einen davon definierten inneren Raum, die Schale aus Wollastonit-Kristallen hergestellt ist, die wenigstens 50 Gewichts-Prozent beta-Wollastonit-Kristalle enthalten, die dreidimensional miteinander verschachtelt sind.
2. Agglomerat nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass der Durchmesser in dem Bereich von 3 - 150μ liegt.
3. Agglomerat nach Anspruch 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass der Durchmesser in dem Bereich von 30 - 90μ liegt.
4. Agglomerat nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass die Wollastonit-Kristalle nur beta-Wollastonit-Kristalle sind.
5. Wässrige Dispersion zum Herstellen eines geformten Produktes aus Wollastonit-Kristallen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass die zahlreichen in Anspruch 1 beanspruchten Agglomerate in Wasser despergiert sind.

6. Wässrige Dispersion nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge des Wassers wenigstens so gross wie erforderlich ist, um den Innenraum des Agglomerates aufzufüllen.

7. Wässrige Dispersion nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge des Wassers in dem Bereich von 3 - 25mal dem Gesamt-Gewicht der Feststoffe ist.

8. Wässrige Dispersion nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge des Wassers in dem Bereich von 10 - 15 mal dem Gesamt-Gewicht der Feststoffe ist.

9. Wässrige Dispersion nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie ferner wenigstens ein verstärkendes Material enthält.

10. Wässrige Dispersion nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie ferner wenigstens eine der anorganischen und organischen Fasern enthält.

11. Wässrige Dispersion nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie ferner wenigstens einen Ton enthält.

12. Wässrige Dispersion nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie ferner wenigstens ein

Bindemittel enthält.

13. Verfahren zur Herstellung eines geformten Produktes aus Wollastonit-Kristallen, dadurch gekennzeichnet, dass die in einem der Ansprüche 5 - 12 beanspruchte wässrige Dispersion geformt und getrocknet wird.

14. Geformtes Produkt aus Wollastonit-Kristallen, dadurch gekennzeichnet, dass das durch das in Anspruch 13 beanspruchte Verfahren hergestellt ist.

-29-
Leerseite

2344773

-31-

Fig. 1

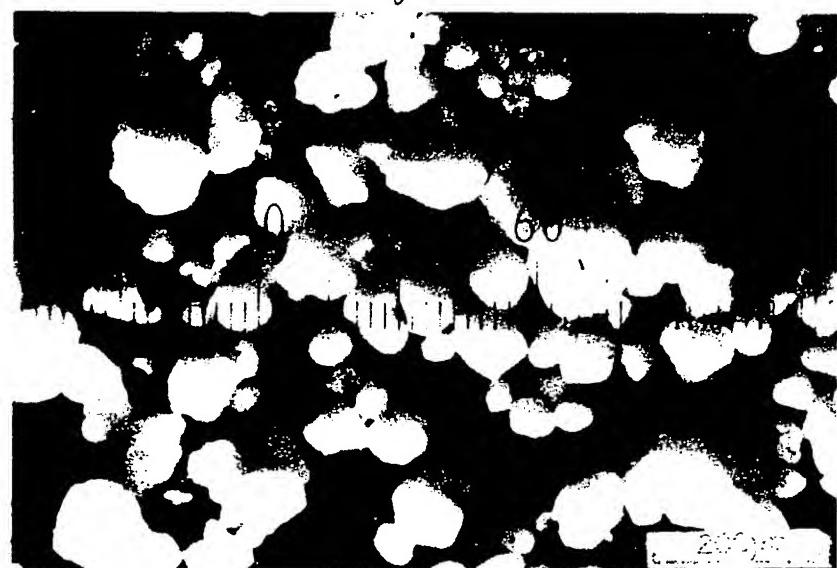


Fig. 2



CO1B 13-24 AT: 05.09.1973 DT: 27.03.1975

509813/0480

-30.

Fig. 3

2344773



Fig. 4



509813/0480